

Eigenthum  
des Kaiserlichen  
Patentamts.

KAISERLICHES



PATENTAMT

# PATENTSCHRIFT

— Nr 92535 —

KLASSE 12: CHEMISCHE APPARATE UND PROCESSE.

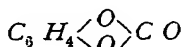
AUSGEGEBEN DEN 14. MAI 1897.

FARBWERKE VORM. MEISTER LUCIUS & BRÜNING IN HÖCHST A. M.

Verfahren zur Darstellung von Brenzcatechinkohlensäurederivaten.

Patentirt im Deutschen Reiche vom 14. Mai 1896 ab.

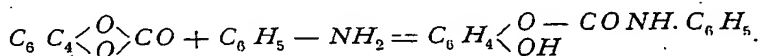
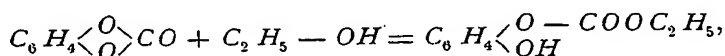
Wenn man Brenzcatechincarbonat



mit Verbindungen, die alkoholische Hydroxylgruppen, primäre oder secundäre Amidogruppen enthalten, in Redaction bringt, findet eine

Addition statt, ein Phenolhydroxyl des Brenzcatechins wird regenerirt und der Rest der sich addirenden Verbindung wird an das Carboxyl gebunden, so dass gemischte Kohlensäureester bzw. Carbaminsäureester entstehen.

Der Reactionsverlauf wird z. B. durch die beiden folgenden Gleichungen erläutert.



Die Darstellung der nach diesem Verfahren zugänglichen Verbindungen, die Verwendung für medicinische Zwecke finden, ist in folgenden Beispielen beschrieben:

1. Man kocht 10 Theile Brenzcatechincarbonat mit 80 Theilen Alkohol mehrere Stunden auf dem Wasserbad, dampft sodann ein und erhält als Rückstand die neue Verbindung, die aus Benzol-Ligroin in prismatischen Nadeln krystallisirt; sie schmilzt bei 58°.

Verwendet man an Stelle des Aethylalkohols den Amylalkohol, so entsteht das entsprechende Amylcarbonat, das aus Ligroin in Blättchen vom Schmp. 53° krystallisirt.

2. Erwärmt man eine Lösung von 10 Theilen Brenzcatechincarbonat in 6,5 Theilen Anilin 5 bis 10 Minuten auf dem Wasserbad, so erstarrt die Masse zum Phenylcarbaminsäurebrenzcatechinester, der aus Spirit in feinen Nadeln vom Schmp. 149° krystallisirt. Die Verbindung löst sich in Alkalilauge auf und fällt durch CO<sub>2</sub> oder Mineralsäuren unverändert wieder aus.

Verwendet man an Stelle des Anilins bei der Reaction äquimolare Mengen p-Phenetidin, p-Amidobenzoësäureester, Phenylhydrazin, Diäthylamin und Piperidin, so entstehen die folgenden neuen Verbindungen, die sich sämtlich aus verdünntem Alkohol umkrystallisiren lassen, in Alkalilauge löslich sind und daraus mit Kohlensäure oder Mineralsäuren wieder unverändert abgeschieden werden:

Oxäthylphenylcarbaminsäurebrenzcatechinester, glänzende Blättchen, Schmp. 146 bis 147°;

p-Phenylcarbonsäureestercarbaminsäurebrenzcatechinester, Nadeln, Schmp. 170 bis 171°;

Phenylhydrazid der Brenzcatechinkohlensäure, dünne Blättchen, Schmp. 167,5°;

Diäthylamid der Brenzcatechinkohlensäure, glasglänzende, flächenreiche, große Krystalle, Schmp. 78°;

Piperidid der Brenzcatechinkohlensäure, Nadeln, Schmp. 122°.

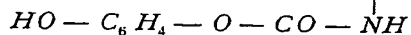
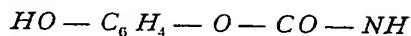
Lässt man auf Verbindungen, welche mehrere Amidogruppen enthalten, Brenzcatechincarbonat

BEST AVAILABLE COPY

einwirken, so gelingt es, nicht nur 1 Mol. des Brenzcatechins, sondern auch mehrere mit der Polyamid-Verbindung zu condensiren.

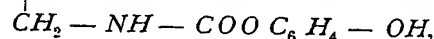
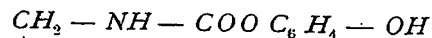
3. Rührt man 10 Theile Brenzcatechincarbonat mit der dreifachen Menge absoluten Alkohols an und giebt dazu unter Kühlung eine Auflösung von 1 Theilen Hydrazin in der drei- bis vierfachen Menge Alkohol, so erstarrt die Masse beim Umschütteln zu einem Brei; man erwärmt nun noch ca. 5 bis 10 Minuten auf dem Wasserbad und filtrirt das unlösliche Hydrazid der Brenzcatechinkohlensäure  $H_2N-NH-COO C_6H_4-OH$  ab. Es krystallisirt aus Sprit in feinen Nadeln, Schmp.  $154^{\circ}$ , und ist sowohl in Säuren als wie in Alkalien löslich.

4. Bringt man unter Eiskühlung eine alkoholische Lösung von 2,8 Theilen Hydrazin zu 15 Theilen Brenzcatechincarbonat, die mit der drei- bis vierfachen Menge Alkohol versetzt sind, rührt um und erwärmt etwa 10 Minuten auf dem Wasserbad, so krystallisirt nach dem Erkalten das Bishydrazid der Brenzcatechinkohlensäure



in feinen prismatischen Nadeln vom Schmp.  $207^{\circ}$  aus.

5. Giebt man die alkoholische Lösung von 1 Theil Aethylendiamin unter Kühlung zu 4,5 Theilen Brenzcatechincarbonat, die in der dreifachen Menge absoluten Alkohols suspendirt sind, so erfolgt beim Umrühren zunächst klare Lösung, sehr bald erstarrt aber die Masse krystallinisch zum Aethylendiamid der Brenzcatechinkohlensäure



das aus heißem Alkohol in seideglänzenden Blättchen vom Schmp.  $165^{\circ}$  krystallisirt.

#### PATENT-ANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Darstellung von Brenzcatechinkohlensäurederivaten, darin bestehend, daß man Alkohole, primäre oder secundäre Basen auf Brenzcatechincarbonat einwirken läßt.
2. Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens unter Verwendung von Aethylalkohol, Amylalkohol, Anilin, Phenetidin, p-Amidobenzoësäureester, Phenylhydrazin, Diäthylamin, Piperidin, Hydrazin und Aethylendiamin.

BEST AVAILABLE COPY